

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 59-124902

(43)Date of publication of application : 19.07.1984

(51)Int.Cl. C08B 37/06

(21)Application number : 58-000142

(71)Applicant : KONISHI HIKARU

(22)Date of filing : 02.01.1983

(72)Inventor : KONISHI HIKARU

(54) EFFICIENT PRODUCTION OF PECTIN FROM VEGETABLE MATERIAL

(57)Abstract:

PURPOSE: To heighten the extraction yield of pectin from a vegetable material, by swelling the tissue of the vegetable by adding a quaternary ammonium salt or a quaternary ammonium base in the destructive extraction of pectin from the vegetable material.

CONSTITUTION: In the production of pectin by adding an aqueous solution of an acid or/and an inorganic salt to a pectin-containing vegetable material and heating the mixture; a quaternary ammonium salt or/and a quaternary ammonium base serving as cationic surfactants are added to the solution. The pectin-containing vegetable materials used include mandarin oranges, oranges, lemons, grapes, pineapples, and sugar beets. The quaternary ammonium salt or quaternary ammonium base can easily be separated because of their high water-solubility and easy solubility in an alcohol, and they can be used in foods without any problem of safety.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2000 Japanese Patent Office

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **59124902 A**

(43) Date of publication of application: **19.07.84**

(51) Int. Cl

C08B 37/06

(21) Application number: **58000142**

(71) Applicant: **KONISHI HIKARU**

(22) Date of filing: **02.01.83**

(72) Inventor: **KONISHI HIKARU**

(54) **EFFICIENT PRODUCTION OF PECTIN FROM
VEGETABLE MATERIAL**

(57) Abstract:

PURPOSE: To heighten the extraction yield of pectin from a vegetable material, by swelling the tissue of the vegetable by adding a quaternary ammonium salt or a quaternary ammonium base in the destructive extraction of pectin from the vegetable material.

CONSTITUTION: In the production of pectin by adding an aqueous solution of an acid or/and an inorganic salt to

a pectin-containing vegetable material and heating the mixture; a quaternary ammonium salt or/and a quaternary ammonium base serving as cationic surfactants are added to the solution. The pectin-containing vegetable materials used include mandarin oranges, oranges, lemons, grapes, pineapples, and sugar beets. The quaternary ammonium salt or quaternary ammonium base can easily be separated because of their high water-solubility and easy solubility in an alcohol, and they can be used in foods without any problem of safety.

COPYRIGHT: (C)1984,JPO&Japio

⑨ 日本国特許庁 (JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭59—124902

⑪ Int. Cl.³
C 08 B 37/06

識別記号

庁内整理番号
7133—4C

⑬ 公開 昭和59年(1984)7月19日

発明の数 1
審査請求 有

(全 8 頁)

⑭ 植物性原料からのペクチンの効率的製造法

⑮ 特 願 昭58—142

⑯ 出 願 昭58(1983)1月2日

⑰ 発 明 者 小西 尨

京都市左京区下鴨松ノ木町2番

地の5

⑱ 出 願 人 小西 尨

京都市左京区下鴨松ノ木町2番

地の5

⑲ 代 理 人 弁理士 多田 貞夫

明 細 書

1. 発明の名称

植物性原料からのペクチンの効率的製造法

2. 特許請求の範囲

1 植物性ペクチン含有原料に酸又は／及び無機塩の水溶液を添加、加熱してペクチンを抽出するペクチンの製造法において、カチオン界面活性剤に属する第4級アンモニウム塩又は／及び第4級アンモニウム塩基を該水溶液に添加することを特徴とするもの

2 特許請求の範囲第1項記載のペクチンの製造法において、該第4級アンモニウム塩又は／及び第4級アンモニウム塩基の添加量を該植物性ペクチン含有原料の0.001～10重量%としたもの

3 特許請求の範囲第1項又は第2項記載のペクチンの製造法において、該第4級アンモニウム塩又は／及び第4級アンモニウム塩基の添加された該ペクチンを抽出する水溶液のpH値を1～6としたもの

3. 発明の詳細な説明

本発明は植物性ペクチン含有原料からのペクチンの効率的製造法に関するもので、更に詳しくは植物性原料からのペクチンの分解抽出に際し、第4級アンモニウム塩又は／及び第4級アンモニウム塩基を添加することにより、植物体組織を膨潤させ、ペクチンの抽出液への溶出を促進し、抽出率を顕著に向上させる製造法に係る。

ペクチンは植物体内において、細胞間の充填に役立ち、それにより植物組織の保持を行なう、細胞膜中に存在する物質として重要な役割を演ずるもので、果実、葉、茎、根、根茎、塊茎など植物を構成する各部分に広く分布するものである。

そしてペクチンは食品に添加され、ゼリー、ジャム、マーマレードなどを製造する際のゲル化剤として、またアイスクリーム、シャーベット、ミルク製品などの形状保持安定剤、ソフト

飲料の性状安定剤、パンの保水剤、老化防止剤、食品の透明可食性コーティング剤のほか血清コレステロール値を低下させる食品として、また低カロリー食品として医学的にも最近注目を浴びている。

さて、従来のペクチンの製造法としては一般に次のような方法が行われている。即ち、(イ)果汁の搾り粕などの植物原料を細砕し、加温して酵素類を破壊し、ペクチンの分解を防いだ後、水洗後酸で分解し、ペクチン質を水可溶性物とし、このペクチン抽出液を濾過助剤、活性炭などを用いて濾過し、不溶性の分解残渣を除去、精製し、中和後濃縮する。(ロ)次いでこの精製、濃縮液にアルコールを加え、ペクチンを析出、沈降させる。(ハ)この析出物を濾取し、先ず含水アルコールで、次いで高純度アルコールで洗浄し、乾燥してペクチンを得るのが通常工業的に実施されている手法である。

発明者はこの一般的製法の改善を考え、各工

程を吟味した結果、先ず前記(イ)の工程における植物原料からの抽出に着目した。即ち、一般的製法で果汁の搾り粕などの植物原料からのペクチンの抽出が果して充分になされているかを検討した。ペクチンの分子量は約1万乃至40万という高分子物質であることから複雑な植物組織からの分解抽出はかなり困難であろうことが推測される。

そこで植物性細胞組織への分解抽出液の浸透を容易ならしめると共に植物組織の細胞間並びに細胞自体の膨潤を起こしてその分散、破壊を助け、これらの両作用に基いて植物内に含有されるペクチンを極力抽出することを容易にするという狙いで第4級アンモニウム塩又は第4級アンモニウム塩基を添加することを種々検討した結果、それらの少量の添加によつてペクチンの抽出率が著しく向上することを見出し、本発明に到達したものである。

なお、この第4級アンモニウム塩又は第4級

アンモニウム塩基は水溶性が甚だ大であり、またアルコール類にも易溶性であることから容易に除去できるものであり、それらの使用は食品安全性の面において何ら懸念を要しないものである。

本発明に係る植物性ペクチン含有原料としてはミカン科のミカン、夏ミカン、オレンジ、グレープフルーツ、レモン、ザボンなど、バラ科のイチゴ、ウメ、ナシ、リンゴ、モモ、アンズなど、ブドウ科のブドウなど、パイナップル科のパイナップルなど、アカザ科のサトウダイコンなどの果実、葉、茎、根、根茎、塊茎若しくはこれらの搾汁粕が広く利用可能である。特にその搾汁粕は各果汁メーカー或いは製糖工場などにおいて廃物としてその処理に非常な努力、研究がなされているにも拘らず、現在では肥料、家畜飼料の増量剤などに一部が利用されているに過ぎず、大半が廃棄されているのが実情である。

従つてこれらを付加価値の比較的高いペクチン原料として活用することは資源再利用の面から重要な価値がある。

以上から明らかなように本発明の目的は経済的かつ効率的に純良なペクチンを製造する新規な方法を提供することにある。

以下に本発明の構成並びに効果について詳述する。

本発明に使用する植物性ペクチン含有原料として植物のペクチンを含有する部分はいずれも使用可能であるが、剥皮、チップ化、蒸解などの強烈な処理を必要とする軟木、硬木に類する木質部分はそれら強烈な処理条件下ではペクチンが分解するおそれがあつて余り適当でなく、樹脂とカリグニンなどの少ない前述したような植物の果実(果皮、果肉を含む)、葉、茎、根、根茎、塊茎若しくはこれらの搾汁粕が原料として好ましく、特に搾汁粕はペクチン製造原料として甚だ適当したものである。

一般に植物性原料からその成分を抽出する際には水、有機溶剤或いはこれらの混合溶剤、酸、アルカリ、酸化剤などが使用され、目的とする成分の物理的性質、化学的性質、即ち、溶解性、耐薬品性、分解性、耐熱性などが考慮されたいうで適当な分解抽出条件が選定されるのが常であるが、本発明においては抽出対象物である植物組織中の細胞間、細胞自体を第4級アンモニウム塩又はその塩基という界面活性剤の作用を介して細胞間への分解液の浸透、細胞相互の解離、細胞内への分解液の浸透などの促進を図つて細胞の膨潤、破壊を極限にまで誘導し、以つて分解液による抽出作用を著しく促進してペクチンの抽出を効率的にまた容易に達成し得るようにしたものである。

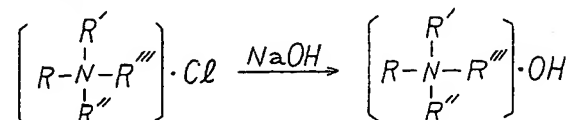
ここでいう第4級アンモニウム塩又は第4級アンモニウム塩基というのは界面活性剤の中のカチオン界面活性剤に属し、以下に例示するようなものであるがこれらはすべて本発明に適用

トリメチル・ドデシルチオメチル・アンモニウムクロライド、メチル・ジエチル・オクチルチオエチル・アンモニウムクロライド、メチル・ジエチル・オクチルチオエチル・アンモニウムアイオダイド、トリメチル・ドデシルメチルアミノエチル・アンモニウムブロマイド、

アルキル（C数8～18）・ジメチル・ベンジル・アンモニウムクロライド、トリメチル・ベンジル・アンモニウムクロライド、アルキル（C数8～18）・ビリジニウムクロライド、アルキル（C数8～18）・ビリジニウムブロマイド、2-ドデシル・イソキノリニウムブロマイド、アルキル（C数8～18）・γ-ピコリニウムブロマイド、アルキル（C数8～18）・γ-ピコリニウムクロライド、

また、これら第4級アンモニウム塩又は第4級アンモニウム塩基の添加量については分解抽出条件、即ち、無機塩類、酸、pH、抽出温度、抽出時間並びに植物性原料の種類によつて左

可能のものである。なおこれらの第4級アンモニウム塩はアルカリの添加によつて、



のごとく塩基に移行するものであるから以下の例示では塩の形のものを示すが塩基についても同様である。

アルキル（C数は8～18）・トリメチルアンモニウムブロマイド、アルキル（C数は8～18）・トリメチル・アンモニウムクロライド、アルキル（C数は8～18）・トリメチル・アンモニウムアイオダイド、アルキル（C数は8～18）・ジメチル・アンモニウムブロマイド、アルキル（C数は8～18）・ジメチル・アンモニウムクロライド、アルキル（C数は8～18）・ジメチル・アンモニウムアイオダイド、メチル・ジエチル・オレイルアミドエチル・アンモニウムクロライド、

右されるが、植物性原料の0.001～10重量%、特に0.01～5重量%が望ましい。10重量%以上の添加では抽出液が著しく着色し、また得られたペクチンの着色も甚だしくて好ましくない。

添加する無機塩としては食塩、重合磷酸塩、磷酸塩、アンモニウム塩などが使用され、これらは不溶性ペクチンを可溶性化するために使用する。酸としては有機酸、無機酸を使用するが、通常鉱酸類、例えば硫酸、塩酸を使用し、有機酸としては酢酸、乳酸などが使用される。

植物性原料を分解し、ペクチンを抽出するときの第4級アンモニウム塩又は/及び第4級アンモニウム塩基の添加された水溶液のpHは1～6が好ましく、2～3が更に好適である。また、分解抽出時間は通常30分乃至2時間である。抽出温度は室温乃至100°Cで、好ましくは40～90°Cである。

これらの条件下の操作によつて植物性ペクチ

ン含有原料は無定形の固形物となり、ペクチンは分解抽出液中に溶出する。なお、分解抽出の際して抽出効率を良くするために攪拌したり、原料を可及的に細分しておくことが重要なのはいうまでもない。そしてカチオン界面活性剤に属する第4級アンモニウム塩又は第4級アンモニウム塩基を添加することによつて抽出対象の植物性原料の組織中に存在し、細胞間に存在するペクチンに対してその界面活性作用によつて細胞の内外への分解抽出液の浸透を促進すると共に、細胞自体に対してもその膨潤を惹起させ、細胞破壊を積極的に遂行することにより、従来分解抽出の場合に比して顕著に優れた分解抽出効果を示すものであつてそれは以下の実施例、比較例からも明らかに認められる。即ち、分解抽出液中のペクチン含有量は著しく増加し、抽出液量自体も増加して第4級アンモニウム塩又は第4級アンモニウム塩基の優れた添加効果を確認することができる。なお濾過に際し

ても第4級アンモニウム塩又は塩基の添加によつて抽出残渣の状態が著しく変化し、無添加の場合は濾過がかなり困難となるのに比して濾過容易となる副次的効果も見出され、これは工業化に際して濾過機、濾過剤の選定上大きな利点となることが明確である。そして要するに抽出効果の向上により資源の有効利用面からも大きなプラスとなることはいうまでもない。なお、実施例にも示すように、これら第4級アンモニウム塩又は塩基は得られたペクチン製品中には存在しないことが認められ、精製過程において簡単にかつ完全に除去され得るものである。

なおまた、第4級アンモニウム塩基は分解抽出液中において共存する酸又は/及び無機塩の作用を受けて直ちに第4級アンモニウム塩に変化するものであるからその作用効果は第4級アンモニウム塩のそれと全く同視して差支えない。

以下に実施例及び比較例を示して説明するが本発明の技術的範囲がこれらに限定されるもの

でないことは勿論である。

実施例1

リンゴの果汁搾り粕の水洗物500gに水1.5ℓを加え、ベンジルトリメチルアンモニウムクロライド(半井化学薬品(株)製保証試薬)1g(原料に対して0.2重量%)を添加し、加温、攪拌し、液温が80°Cになつた時点で稀硫酸を加えてpHを3とした後、同温度で2時間加熱攪拌して分解抽出を行つた。次いで濾過を行つたが比較例に比して濾過が円滑に行われた。更にこの濾液を遠心分離機を使用し、毎分11,000回転の条件で遠心分離を行い、微細な浮遊分、残渣を除去した後、稀炭酸ソーダ水溶液を加えてpHを6に調整し、精製濾液を得た。この精製濾液の収量は1,400gであつた。またこの液中のペクチン含有量はガラクトキロン酸として4,850 γ /mlであつた。なおこのペクチンの定量法は果樹試験所報告、シリーズB、No.5(1969)、63~65

頁記載の伊藤、多田両氏の報文に準拠した。因みに γ は 10^{-6} gである。

なお前述のごとく、濾過については第一次濾過で濾過助剤を用いて粗い不純物を除き、次に第2次濾過で微細な不溶物を除去するのが操作上好ましく、また精製した透明乃至半透明の濾液は品質の安定のためにアルカリ金属水酸化物、例えば苛性ソーダ、苛性カリなど、或いは炭酸アルカリ金属塩、例えば炭酸ソーダ、重炭酸ソーダなどで中和するが、この場合、ペクチンの品質安定の面からいえばpHを5~6程度に止めるのが適当である。

実施例2

実施例1と同じリンゴの果汁搾り粕の水洗物500gに実施例1と同様に^{*}1.5ℓを加え、ベンジルトリメチルアンモニウムクロライド(半井化学薬品(株)製保証試薬)10g(原料に対して2重量%)を添加し、以下実施例1と同様に操作して分解抽出を行つた。精製濾液の

収量は1, 510gであつた。この汁液中のペクチン含有量はガラクチュロン酸として3, 960 γ /mlであつた。

実施例3

実施例1と同じリンゴ果汁搾り粕の水洗物500gに実施例1と同様に水1.5 ℓ を加え、カチオーゲンL（登録商標、第一工業製薬（株）製、アルキルトリメチルアンモニウムクロライド純分30%）85g（原料に対して5.1重量%）を添加し、以下実施例1と同様に操作して分解抽出を行つた。精製汁液の収量は1, 700gであり、この汁液中のペクチンの含有量はガラクチュロン酸として3, 800 γ /mlであつた。

実施例4

実施例1と同じリンゴの果汁搾り粕の水洗物500gに実施例1と同様に水1.5 ℓ を加え、カチオーゲンH（登録商標、第一工業製薬（株）製、アルキルピコリニウムクロライド純分

抽出残渣が粘稠性で濾過が困難であつた。

比較例2

実施例1と同じリンゴの果汁搾り粕の水洗物500gに^{〔水1.5 ℓ 〕}テトラボリホスフエートソーダ塩10g（原料に対して2重量%）を加え、80°Cに昇温後、稀硫酸でpH 3にした後、以下実施例1～4、比較例1と同様に操作し、精製汁液1, 256gを得た。この汁液中のペクチンの含有量はガラクチュロン酸として2, 700 γ /mlであつた。比較例1と同様に抽出残渣は粘稠性を帯び、濾過が困難であつた。

実施例5

レモンの搾り粕の水洗物300gに水1.2 ℓ を加え、ベンジルトリメチルアンモニウムクロライド0.3g（原料に対して0.1重量%）を添加し、加温し、液温が80°Cになつた時点で稀硫酸を加えてpH 2とした後、同温度で1時間加熱攪拌し、分解抽出を行つた。次に濾過、精製、濾過、中和を行つた。この精製濾過

25%）100g（原料に対して5重量%）及びテトラボリホスフエートソーダ塩10g（原料に対して2重量%）を加え、以下実施例1と同様に操作し、分解抽出を行つた。得られた精製汁液の収量は1, 650gであつたが、かなり褐色が認められた。この汁液中のペクチン含有量はガラクチュロン酸として4, 500 γ /mlであつた。

比較例1

実施例1と同じリンゴの果汁搾り粕の水洗物500gに水1.5 ℓ を加え、加温し、液温が80°Cになつた時、稀硫酸を加えてpH 3とした後、同温度で1時間加熱攪拌し、分解抽出を行つたことは実施例1～4と同様であるが、第4級アンモニウム塩又はその塩基又は無機塩は添加しなかつた。以下同様に操作し、精製汁液の収量は1, 230gであり、この汁液中のペクチン含有量はガラクチュロン酸として2, 750 γ /mlであつた。実施例1～4と異なり、

後の収量は1, 460gであり、その中に含有されるペクチンの含有量はガラクチュロン酸として2, 400 γ /mlであつた。

比較例3

実施例5と同じレモンの搾り粕の水洗物300gに水1.2 ℓ を加え、無機塩、第4級アンモニウム塩又はその塩基を添加せずに加温、攪拌し、液温が80°Cになつた時点で稀硫酸を加えてpH 2とした。以下実施例1～5、比較例1～3と同様に操作し、精製汁液の収量は1, 260gであり、その中に含有されるペクチンの量はガラクチュロン酸として2, 270 γ /mlであつた。

実施例6

前述の実施例2で得た精製濾過液をロータリーエバポレーターを使用し、50mm/Hgの減圧下に60°Cで濃縮し、得られた濃縮液を再度遠心分離機にかけて生成した浮遊物を除去し精製した。この精製液100gに対しイソプロピルアルコール200mlを攪拌下添加してペクチ

ンを析出させ、沈澱を濾取し、60%イソプロピルアルコールで沈澱を洗浄し、更に87%イソプロピルアルコール、次いでエチルエーテルで洗浄し、常温で減圧乾燥して恒量とし、殆んど白色のペクチン0.198gを得た。このペクチンについてヘキサメタ磷酸ソーダの0.4%水溶液と塩化ナトリウム²0.6%水溶液で調整したpH 6の混合水溶液を用いて0.2、0

15、0.1及び0.05% (g/ml) の各溶液とし30[±]0.05°Cで粘度測定を行つた。粘度計はオストワルド粘度計を使用した。その結果その極限粘度は3.47と求められ、食糧研究所報告14巻6～8頁(1959)所載の三浦、水田両氏の報告に基き、ペクチングレードは約155であつた。またビー、イー、クリステンセン：フード・リス、(P. E. CHRISTENSEN: Food Res.) 19, 163～172 (1954)に従えばその分子量は約74,000であると推測された。更に赤外線吸収スペ

クトルをとつてペクチンであることを確認すると共に第4級アンモニウム塩の微量も存在しないことを確認した。

以上のごとく最終製品たるペクチンを得るために先ず精製濾液は減圧濃縮されるが、これは濃縮により精製濾液の量を減少させて次に行うアルコール類によるペクチンの析出、沈澱に要するアルコール類を減少させると共にその沈澱剤としての作用効果を向上させるためであり、またペクチンを精製濾液から析出、沈澱させるためには通常、濃縮精製濾液1部に対して沈澱析出剤(非溶剤)として1部乃至2部の60～70容量%のアルコール類が使用される。得られたペクチンの沈澱は再度60～70容量%のアルコール類で洗浄後、更に高純度(約90容量%以上)のアルコール類で洗浄、精製した後、90°C以下で減圧乾燥するようにすれば高純度の製品が得られる。更に使用するアルコール類は炭素数1～5の脂肪族第1アルコール、好

ましくは炭素数1～3の脂肪族第1アルコールであるメチルアルコール、エチルアルコール、プロピルアルコール、イソプロピルアルコールが適当である。

実施例7

実施例5で得られた精製濾液を濃縮後、実施例6と同様に遠心分離機にかけた後、イソプロピルアルコールでペクチンを沈澱させ、これを洗浄し、精製し、乾燥した結果、白色のペクチン1.848gを得た。これについて実施例6と同様にして粘度測定を行つた結果、その極限粘度は2.75であり、ペクチングレードは約110であり、その分子量は約59,000と推測された。更にこのペクチンの赤外線吸収スペクトルをとり、ペクチンであることを確認すると共に第4級アンモニウム塩の残存していないことを確認した。

実施例8

サトウダイコン(ビート、テンサイ)の搾り

粕の乾燥物50gに水850mlを加え、これにベンジルトリメチルアンモニウムクロライド0.105g(原料に対し0.21重量%)を添加し、加温攪拌し、以下実施例1と同様にpH 3とし、分解抽出を行ない、次に濾過後遠心分離し、pH 6に調整し、精製濾液550gを得、この液中のペクチン含有量はガラクトキロン酸として3.860g/mlであつた。

実施例9

実施例8と同じサトウダイコンの搾り粕の乾燥物50gに水850mlを加え、これにベンジルトリメチルアンモニウムクロライド0.24g(原料に対し0.48重量%)を添加し、加温攪拌し、液温が80°Cになつた時点で、ヘキサメタ磷酸ソーダ2g(原料に対し4重量%)および稀硫酸を加え、pH 2とし、以下実施例1と同様に操作し、精製濾液560gを得、この液中のペクチンの含有量はガラクトキロン酸として6.080g/mlであつた。

実施例 10

実施例 8 と同じサトウダイコンの搾り粕の乾燥物 50 g に水 850 ml を加え、これにカチオンゲン L 3.3 g (原料に対して 1.88 重量%) を添加し、加温攪拌し、液温が 80°C になった時点で、食塩 2 g (原料に対して 4 重量%) および稀硫酸を加えて pH 2 とし、以下実施例 1 と同様に操作し、精製液 540 g を得、この液中のペクチンの含有量はガラクトキロン酸として 6,100 r/ml であった。

比較例 4

実施例 8 と同じサトウダイコンの搾り粕の乾燥物 50 g に水 850 ml を加え、加温攪拌し、液温が 80°C になった時稀硫酸を加えて pH 3 とした後同温度で 1 時間加熱攪拌し、分解抽出を行なったことは実施例 8 ~ 10 と全く同じであるが、第 4 級アンモニウム塩または無機塩は添加しなかつた。得られた精製液の収量は 500 g で、この液中のペクチンの含有量はガラ

クテユロン酸として 3,240 r/ml であった。実施例 8 ~ 9 に比して濾過は困難であった。

実施例 11

有田産紀州温州ミカンの果汁搾り粕 100 g に水 300 ml を加え、これにアルキルベンジルジノチルアンモニウムクロライド (明成化学工業 (株) 製、純分 40%) 11 g (原料に対して 4.9 重量%) を添加し、加温攪拌し、以下実施例 1 と同様操作し、精製液 400 g を得、この液中のペクチンの含有量はガラクトキロン酸として 8,120 r/ml で、液中のペクチン総量は約 3.2 g であった。なおこの精製液 100 g を遠心分離機にかけ、浮遊物を再除去した後実施例 6 と同様操作し、帯黄白色のペクチン 0.508 g を得た。これにつき実施例 6 と同様に粘度測定を行なった結果その極限粘度 (30°C) は 4.16 であり、ペクチングレードは約 190 であり、その分子量は約 88,000 と推測された。

比較例 5

実施例 11 と同じ有田産紀州温州ミカンの果汁搾り粕 100 g に水 300 ml を加え、第 4 級アンモニウム塩又はその塩基あるいは無機塩を添加せずに加温攪拌し、以下実施例 11 と同様に操作し、精製液 320 g を得た。液中のペクチンの含有量は 9,100 r/ml で、液中のペクチン総量は約 2.9 g であった。

特許出願人 小西 光

代理人 多田貞夫



手続補正書 (自発)

昭和 58 年 2 月 16 日

特許庁長官 若杉和夫殿

1 事件の表示

昭和 58 年特許願第 000142 号

2 発明の名称

植物性原料からのペクチンの効率的製造法

3 補正をする者

事件との関係 特許出願人

住所 京都市左京区下鴨松ノ木町 2 番地の 5

氏名 小西 光

4 代理人

住所 京都市伏見区醍醐京道町 11 番地の 3

氏名 (7901) 弁理士 多田貞夫

5 補正命令の日付 「自発」

6 補正により増加する発明の数 「無」

7 補正の対象

明細書の発明の詳細な説明の欄

8 補正の内容

別紙のとおり



- 1 明細書第 12 頁第 17 行の「同視」を「同一視」と訂正する。
- 2 明細書第 14 頁第 11 行の「5 ～ 6」を「3 ～ 6」と訂正する。
- 3 明細書第 18 頁第 10 行の「1 ～ 3」を「1 ～ 2」と訂正する。
- 4 明細書第 19 頁第 5 行の「0. 1987」を「0. 9987」と訂正する。
- 5 明細書第 21 頁第 10 行の「1. 8487」を「1. 8487」と訂正する。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP01/03812

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
 Int. Cl. C08B37/06, A23L1/214

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int. Cl. C08B37/06, A23L1/214

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base searched during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)
 CA (STN), REGISTRY (STN), WPI (STN)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP, 59-124902, A (Hikaru KONISHI), 19 July, 1984 (19.07.1984), entire description (Family: none)	1-10

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:
 "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
 "X" earlier document but published on or after the international filing date
 "L" document which may throw doubt on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
 "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
 "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"I" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
 "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
 "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
 "A" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
 11 June, 2001 (11.06.01)

Date of mailing of the international search report
 19 June, 2001 (19.06.01)

Name and mailing address of the ISA/
 Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.